

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2001064023  
PUBLICATION DATE : 13-03-01

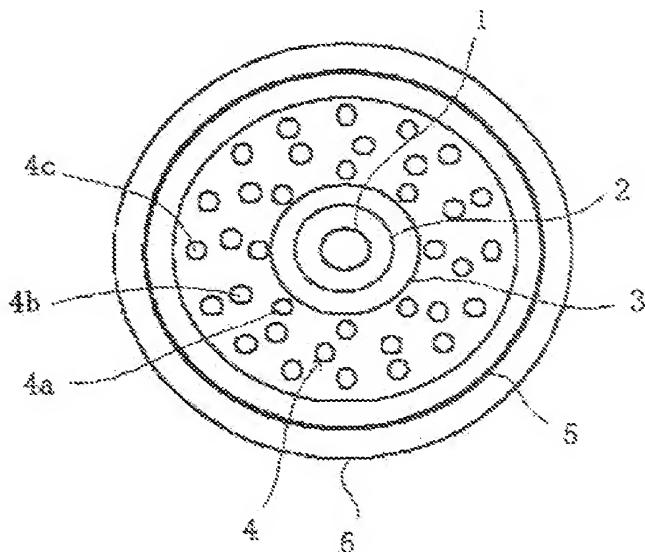
APPLICATION DATE : 25-08-99  
APPLICATION NUMBER : 11238127

APPLICANT : SHIN ETSU CHEM CO LTD;

INVENTOR : MATSUO KOJI;

INT.CL. : C03B 8/04 C03B 20/00

TITLE : PRODUCTION OF SYNTHETIC  
QUARTZ GLASS MEMBER



**ABSTRACT :** PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a production method of a synthetic quartz glass member for increasing a fixing rate of synthetic silica by adjusting the total gaseous oxygen amount of gaseous oxygen to be introduced through a center tube together with gaseous raw material and gaseous oxygen to be introduced through a second layer tube of a multi-layer tube or adjusting the ratio of the amounts of the gaseous oxygen to be introduced, respectively.

**SOLUTION:** This production method of the synthetic quartz glass member comprises flame-hydrolyzing an organic silicon compound by an oxyhydrogen flame from a multi-layer tube burner, stacking the produced synthetic silica fine powder and melting the powder at the same time. In this method, the total gaseous oxygen amount of the gaseous oxygen to be introduced through the center tube 1 together with the gaseous raw material of the organic silicon compound and the gaseous oxygen to be introduced through the second layer tube is made into 0.9-1.2 times of the theoretical oxygen amount necessary to the gaseous raw material on the mole basis.

COPYRIGHT: (C)2001 JPO

(10) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-64023

(P2001-64023A)

(43) 公開日 平成13年3月13日 (2001.3.13)

(51) Int.Cl.

識別記号

F I

テームト(参考)

C 0 3 B 8/04  
20/00C 0 3 B 8/04  
20/00F 4 G 0 1 4  
Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平11-238127

(22) 出願日

平成11年8月25日 (1999.8.25)

(71) 出願人 000002080

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 高野 伸一

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28-1

信越化学工業株式会社精密機能材料研究所  
内

(72) 発明者 大塚 久利

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28-1

信越化学工業株式会社精密機能材料研究所  
内

(74) 代理人 100079304

弁理士 小島 隆司 (外1名)

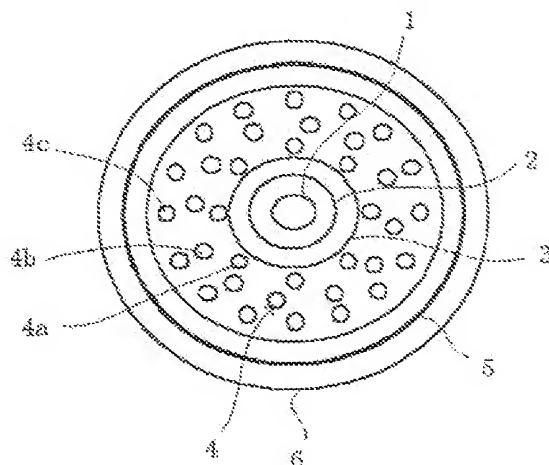
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合成石英ガラス部材の製造方法

(57) 【要約】

【解決手段】 多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶融させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計が、上記原料ガスが必要とする酸素理論量に対して0.9~1.2倍モルであることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法。

【効果】 本発明によれば、原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計を調整したことにより、又は中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率を調整したことにより、合成シリカの固定率を増加することができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計が、上記原料ガスが必要とする酸素理論量に対して0.9～1.2倍モルであることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法。

【請求項2】 多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率が容量比として1.5～1.9であることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法。

【請求項3】 多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計が、上記原料ガスが必要とする酸素理論量に対して0.9～1.2倍モルであると共に、中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率が容量比として1.5～1.9であることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、合成シリカの固定率を増加することができる合成石英ガラス部材の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】多重管バーナーを用いて、有機ケイ素化合物を火炎加水分解して生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させ、透明ガラス化して合成石英ガラス部材を製造する場合、可燃性の原料ガスが必要とする酸素理論量は、原料ガスが導入される中心管から導入される酸素ガス量を制御することによって行っており、2重管目から酸素ガスを供給する場合も、これはバーナーが焼き付かない程度の一定量を流すというものであった。そのため、原料ガスの供給量を増加させると、それに見合った酸素ガス量が必要となり、中心管のガス線速が速くなり、他の反応ガスとのバランスが崩れ、目的の合成石英ガラス部材を製造することが非常に困難であった。

【0003】このようなガスバランスを保つには、原料ガスの増加量に伴い新たにバーナーを作製するか、特開

昭61-186239号公報のように火炎の流速を制御したり、特開昭63-55135号公報のように燃焼ガス流量と原料ガス流量との比率を制御して生産効率を上げるものがあるが、それだけではまだ十分ではなく、かかる従来の方法では、ガラス部材が所望の外径に達するまでにはかなり時間がかかり、歩留まりが悪く、生産効率の向上を図る上で問題となっていた。

【0004】本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、有機ケイ素化合物を火炎加水分解して生成する際の合成シリカの固定率を向上させ、生産効率を上げることが可能な合成石英ガラス部材の製造方法を提供することを目的とする。

## 【0005】

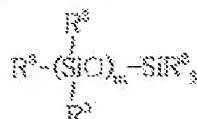
【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する場合、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計を調整すること、又は中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率を調整すること、このように酸素ガス量を中心管と2重管目とで調整することにより、合成シリカの固定率が増加することを発見し、本発明をなすに至ったものである。

【0006】従って、本発明は、(1)多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計が、上記原料ガスが必要とする酸素理論量に対して0.9～1.2倍モルであることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法、(2)多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率が容量比として1.5～1.9であることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法、(3)多重管バーナーからの酸水素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解して、生成した合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶解させて合成石英ガラス部材を製造する方法において、有機ケイ素化合物の原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計が、上記原料ガスが必要とする酸素理論量に対して0.9～1.2倍モルであると共に、中心管から導入される酸素ガス

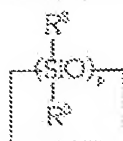
量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率が容量比として1.5～1.9であることを特徴とする合成石英ガラス部材の製造方法を提供する。

【0007】以下、本発明につき更に詳しく説明する。本発明の合成石英ガラス部材の製造方法は、多重管バーナーからの酸素炎によって有機ケイ素化合物を火炎加水分解し、合成シリカ微粒子を堆積と同時に溶融させて、合成石英ガラスを得るものである。

【0008】ここで、原料となる有機ケイ素化合物は、四塩化ケイ素( $\text{SiCl}_4$ )、ジメチルジクロロシラン



(式中、 $\text{R}^1$ は水素原子又は脂肪族一価炭化水素基を示し、 $m$ は1以上、特に1又は2である。)



(式中、 $\text{R}^2$ は水素原子又は脂肪族一価炭化水素基を示し、 $p$ は3～5の整数である。)

【0012】ここで、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ の脂肪族一価炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、 $n$ -ブチル基、 $tert$ -ブチル基等の炭素数1～4のアルキル基、シクロヘキシル基等の炭素数3～6のシクロアルキル基、ビニル基、アリル基等の炭素数2～4のアルケニル基等が挙げられる。

【0013】具体的に上記一般式(1)で示されるシラン化合物としては、 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ 、 $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ 、 $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ 等が挙げられ、一般式(2)で示されるシロキサン化合物としては、ヘキサメチルジシロキサン等が挙げられる。

【0014】本発明に適用される多重管バーナーは、中心管から原料ガス(有機ケイ素化合物)、中心管及び2重管目から酸素ガスを導入することができるものであれば特に制限されないが、中心管及び2重管目の外方管のノズルからは水素ガスを導入し、更にその外側に同心円上に1列又は複数列に配置され、同一の焦点距離からなるノズル群からは酸素ガスを、その外側の円環状のノズルからは水素ガスを、その外方管のノズルからは酸素ガスを導入するものが好ましい。

【0015】具体的には、図1に示すようなバーナーが用いられる。即ち、1は中心管で、上述したように、原料ガスと酸素ガスとが導入される。2はこの中心管1を取り囲む第一リング管、3はこの第一リング管を取り囲む第二リング管で、第一リング管2からは酸素ガス、第二リング管3からは水素ガスがそれぞれ導入される。4は酸素ガスが導入されるノズル管で、複数のノズル管4

( $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ )等の塩素系シラン化合物、下記一般式(1)～(3)で示されるシラン化合物、シロキサン化合物が用いられる。

【0009】



(式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ は同一又は異なる脂肪族一価炭化水素基を示し、 $n$ は0～3の整数を示す。)

【0010】

【化1】

... (2)

【0011】

【化2】

... (3)

が互いに等間隔ずつ離間して上記第二リング管3を取り囲むようにその周方向に沿って配設されている。図示の例では、第一列ノズル群4a、第二列ノズル群4b、第三列ノズル群4cが順次内側から外側に向けて配設されている。この場合、第一列ノズル群4aに含まれる各ノズル管は、その中心部がいずれも中心管1中心部と等距離にあり、また互いに等間隔離間して配置されている。更に、第二列ノズル群4bに含まれる各ノズル管、第三列ノズル群4cに含まれる各ノズル管も、それぞれそれらの中心部が中心管1中心部と等距離にあり、また互いに等間隔離間して配置されている。5は上記ノズル管4の外側に設けられた第三リング管であり、酸素ガスが導入される。また、6はこの第三リング管5を取り囲んで設けられた第四リング管で、酸素ガスが導入されるものである。

【0016】本発明においては、原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目(図1において第一リング管)の双方から導入される酸素ガス量の合計が、上記可燃性の原料ガスが必要とする酸素理論量に対して0.9～1.2倍モルとする。酸素ガス量の合計がこの範囲より小さい場合、原料ガスが未反応となり、固定率が低下し、逆に大きい場合、火炎内に原料が分散し難くなる。

【0017】また、本発明においては、中心管から導入される酸素ガス量と2重管目(図1において第一リング管)から導入される酸素ガス量との比率を1.5～1.9(容量比)とする。酸素ガス量の比率がこの範囲から外れると、火炎内に効率よく原料が分散し難くなる。

【0018】なお、必要に応じて、中心管及び2重管目

からは酸素ガスの他に、アルゴン、窒素、ヘリウム等の不活性ガスを含んでもよい。

【0019】上記のように、中心管及び2重管目からの酸素ガス量を制御する以外は、公知の火炎加水分解法によって合成石英ガラス部材を製造することができる。この場合、原料ガスの供給速度(量)は15~40モル/hrの範囲とすることができる。また、2重管目より外側からの(図1において、ノズル管及び第四リング管からの)酸素ガス供給量は5~20Nm<sup>3</sup>/hrとすることができ、水素ガス供給量は30~50Nm<sup>3</sup>/hrとすることができる。

【0020】

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0021】【実施例1】多重管バーナーとして図1に示すものを使用し、以下の実験を行った。原料であるジメチルジクロシランガスを中心管に36モル/hrの速度で導入すると共に、このシランガスが必要とする酸素理論量に対して、中心管及び2重管目(第一リング管)からの酸素ガス量の合計が1.05倍モルとなるように導入し、かつ中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率を容量比1.5とし、3重管目(第二リング管)から水素ガスを、その外側に同心円上に複数列に配置され、同一の焦点距離からなるノズル群(ノズル管)から酸素ガスを、その外側の円環状のノズル(第三リング管)から水素ガスを導入し、火炎を形成して合成石英ガラス部材を作製した。この場合、3重管目(第二リング管)からの水素ガス量は1.9Nm<sup>3</sup>/hr、ノズル群(ノズル管)からの酸素ガス量は11.5Nm<sup>3</sup>/hr、円環状ノズル(第三リング管)からの水素ガス量は28Nm<sup>3</sup>/hr、ま

た出発部材の移動速度は20.5mm/hr、回転速度は3.0rpmとした。その結果、合成シリカの固定率は40.4%であった。

【0022】なお、ここで、固定率とは原料中のSiが反応後にすべてSiO<sub>2</sub>となった場合の重量に対する実際反応してできたSiO<sub>2</sub>の重量の割合をいう。

【0023】【比較例1】図1の多重管バーナー原料であるジメチルジクロシランガスが必要とする酸素理論量に対して、中心管及び2重管目からの酸素ガス量の合計が2.04倍モルとなるように導入し、かつ中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率を容量比として3.65とした以外は、実施例1と同様にして合成石英ガラス部材を作製したところ、合成シリカの固定率は33.3%であった。

【0024】

【発明の効果】本発明によれば、原料ガス及び酸素ガスを導入する中心管及び酸素ガスを導入する2重管目の双方から導入される酸素ガス量の合計を調整したことにより、又は中心管から導入される酸素ガス量と2重管目から導入される酸素ガス量との比率を調整したことにより、合成シリカの固定率を増加することができる。

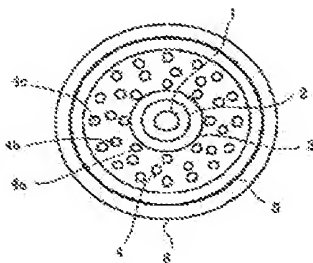
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施に用いる多重管バーナーの一例を示す概略断面図である。

【符号の説明】

- 1 中心管
- 2 第一リング管
- 3 第二リング管
- 4 ノズル管
- 5 第三リング管
- 6 第四リング管

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 松尾 浩司

Fターム(参考) 4G014 AH15 AH16

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28-1

信越化学工業株式会社精密機能材料研究所  
内